

**DERWENT-ACC-NO: 1999-316889**

**DERWENT-WEEK: 199927**

**COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD**

**TITLE: Optical waveguide with silicon, oxygen, nitrogen group core for optical fibre communication - involves using organic oxy-silane or silicon tetra chloride as raw material gas during formation of clad and core**

**PATENT-ASSIGNEE: HITACHI CABLE LTD[HITD]**

**PRIORITY-DATA: 1997JP-0213384 (August 7, 1997)**

**PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>	<b>PAGES</b>	<b>MAIN-IPC</b>
JP 11109158 A	April 23, 1999	N/A	005	G02B 006/13

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL-DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL-DATE</b>
JP11109158A	N/A	1997JP-0238103	September 3, 1997

**INT-CL\_(IPC): G02B006/12; G02B006/13**

**ABSTRACTED-PUB-NO: JP11109158A**

**BASIC-ABSTRACT: NOVELTY - A nitrogen doped SiON core part (2) is covered by a clad part (3). The clad part surmounts the core by plasma CVD process in the presence of raw-material and oxidizing gas. The organic oxysilane or SiCl<sub>4</sub> is used as raw material gas.**

**USE - For optical fiber communication.**

**ADVANTAGE - Eliminates absorption loss by N-H set, C-H set or O-H set by using TEOS or SiCl<sub>4</sub> as raw material gas.**

**DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows sectional view of SiON group optical wave guide. (2) SiON core; (3) Clad part.**

**CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/7**

**TITLE-TERMS:**

**OPTICAL WAVEGUIDE SILICON OXYGEN NITROGEN GROUP CORE OPTICAL**

**FIBRE COMMUNICATE  
ORGANIC OXY SILANE SILICON TETRA CHLORIDE RAW MATERIAL GAS  
FORMATION CLAD CORE**

**DERWENT-CLASS: L01 P81 V07**

**CPI-CODES: L03-G02;**

**EPI-CODES: V07-F01A5A;**

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers: C1999-093790**

**Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1999-237111**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-109158

(43)公開日 平成11年(1999)4月23日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

G 0 2 B 6/13  
6/12

識別記号

F I

G 0 2 B 6/12

M  
N

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平9-238103

(22)出願日

平成9年(1997)9月3日

(31)優先権主張番号 特願平9-213384

(32)優先日 平9(1997)8月7日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000005120

日立電線株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

(72)発明者 大久保 博行

茨城県土浦市木田余町3550番地 日立電線

株式会社アドバンスリサーチセンター内

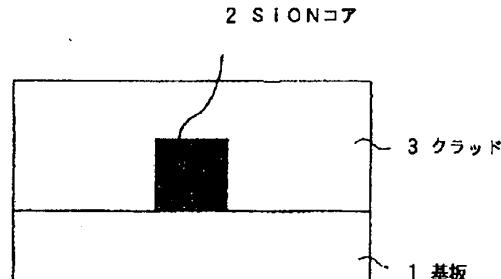
(74)代理人 弁理士 松本 孝

(54)【発明の名称】 S i ON系光導波路及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】光ファイバ通信用光デバイスに用いるため、コアに窒素をドープしたS i ON系光導波路のO-H基及びN-H基による吸収損失をそれぞれ0.01dB/cm以下にするS i ON系光導波路及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】窒素をドープしたコア部と、該コア部を覆うクラッド部から成るS i ON系光導波路において、前記クラッド部の原料を有機オキシシランまたは四塩化硅素とし、プラズマCVD法によりコア及びクラッドを成膜する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】窒素をドープしたコア部と、該コア部を覆うクラッド部から成るSiON系光導波路において、前記クラッド部は有機オキシシランまたは四塩化珪素を原料に製造されるものであることを特徴とするSiON系光導波路。

【請求項2】コア及びクラッドの成膜に原料ガスと酸化性ガスをプラズマ励起する化学的気相成長法を用いたSiON系光導波路の製造方法において、前記原料ガスに有機オキシシラン、または四塩化珪素を用いることを特徴とするSiON系光導波路の製造方法。

【請求項3】有機オキシシランは、テトラエチルオルソシリケートであることを特徴とする請求項2記載のSiON系光導波路の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はSiON系光導波路とその製造方法に関するものである。更に詳述すれば本発明は光ファイバ通信用光デバイスの基礎を成す光導波路に係わり、コアに窒素NをドープしたSiON系光導波路とその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】光ファイバ通信用の光デバイスは主に光導波路を用いて作製される。それ故、光導波路には低損失な特性が要求される。これまで光導波路のコア部としてTiO<sub>2</sub>ドープのSiO<sub>2</sub>、GeO<sub>2</sub>ドープのSiO<sub>2</sub>等が主に用いられて来た。TiO<sub>2</sub>やGeO<sub>2</sub>をドープする理由は、コアの屈折率を周囲のクラッドより高くして光を閉じ込めるためである。通常、コアとクラッドの屈折率の差を示す指標として比屈折率差△がある。コアの屈折率をN<sub>c</sub>、クラッドの屈折率をN<sub>c1</sub>とすると、比屈折率差△は次式で表される。

## 【0003】

## 【数1】

$$\Delta = \frac{N_c - N_{c1}}{N_c} \times 100 \quad (\%)$$

【0004】従来のTiO<sub>2</sub>ドープのSiO<sub>2</sub>やGeO<sub>2</sub>ドープのSiO<sub>2</sub>では、ドープ量に限界があり、その量は高々20at%程度、比屈折率差△で示せば2%以下である。その量を越えると、コア部の軟化点が1200°C以下に下がり、膜中ドープ量分布に大きな不均一が生じ、特性が劣化する。

【0005】近年、光導波路型部品の小形化、コアパターンの高集積化に伴って、更に高屈折率のコア部が要求されている。なぜなら、コアとクラッドの比屈折率差△を更に大きくすれば、コア寸法をこれまで以上に小さくすることができ、結果として光デバイスの小形化が可能となるからである。

【0006】この目的のために、NドープのSiO<sub>2</sub>をコアとした光導波路が検討され始めている。この導波路

ではドープするN量により、コアの屈折率を2.02まで変化させることができ、△を2%以上とすることができる。このコアをSiONコアと称する。

【0007】SiONコア及びSiO<sub>2</sub>クラッドを成膜する方法として、プラズマ励起の化学的気相成長法（プラズマCVD法）がある。図5はその膜装置の概略断面図である。本装置は、上部電極16、下部電極17、高周波電源18、ヒータ20、真空ポンプ15から構成されている。

【0008】原料ガス14にはSiH<sub>4</sub>、NH<sub>3</sub>及びO<sub>2</sub>を使用する。真空ポンプ15により真空排気（圧力0.4Torr）されている平行平板型の電極16、17間に、多量のアルゴン（Ar、1760sccm）で希釈したSiH<sub>4</sub>（60sccm）、NH<sub>3</sub>（80sccm）及びO<sub>2</sub>（80sccm）を流す。下部電極17に接続した高周波電源18からの高周波により、電子と原料ガスの衝突が起こり、原料ガスが解離してイオン及びラジカルとなる。それによって、電子、イオン及びラジカルから成るプラズマ19が生成され、それらプラズマ粒子が上部電極16に設置した基板11上に堆積する。基板11はヒータ20により300°Cに加熱される。この方法は成膜温度が200~300°Cなので、プロセス温度の低温化が図れるという特徴がある。このプラズマCVD法により、原料ガスにSiH<sub>4</sub>、NH<sub>3</sub>及びO<sub>2</sub>を用いてSiOHコアを成膜し、コアを矩形状にパターニングした後、原料ガスにSiH<sub>4</sub>及びO<sub>2</sub>を用いてSiO<sub>2</sub>クラッドを成膜して光導波路を作製することができる。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】従来のSiON系光導波路とその製造方法には以下の問題点があった。

【0010】図6は、従来の製造方法によるSiON系光導波路の損失波長特性の説明図である。横軸は波長（nm）、縦軸は挿入損失（dB）である。通信波長帯である1300nmと1550nmの近傍である1390nm及び1490nmにO-H基及びN-H基による吸収が存在する。この原因は、コア成膜中にO-H基及びN-H基が多量に存在すること、またクラッド成膜中にもO-H基が多量に存在することによる。

【0011】そこで、コアを矩形状にパターニングした後に、N<sub>2</sub>雰囲気中で1300°C、3時間の熱処理を施し、クラッド成膜後もO<sub>2</sub>雰囲気中で1200°C、3時間の熱処理を施して成膜中のH量の低減を図った。コア形成後、熱処理ガスとして不活性ガスのN<sub>2</sub>を用いる理由は、酸化性のガスを用いるとコア中のNと酸化ガスのOが入れ替わってしまい、コアの屈折率が急減してしまうからである。クラッド成膜後の熱処理ガスに酸化性のO<sub>2</sub>を用いる理由は、クラッド中のO-H基の量を低減させるためである。その際、クラッドを成膜した後での、酸素によるSiOHコアへのダメージはない。

【0012】図7は、上記の処置を施した光導波路の損

失波長特性の説明図である。N-H基による吸収損失の十分な低減はできなかった。この結果は、成膜したSiO<sub>2</sub>クラッド中の多量のH(2~4wt%)がコア中に拡散し、コア中のNの未結合手にHが結合するため、膜中N-H基の含有量を増加させていたと考えられる。この場合、SiO<sub>2</sub>クラッドを成膜後、O<sub>2</sub>で熱処理をしてもコア中のH量を十分に低減させることができなかつた。

【0013】従って本発明の目的は、前記した従来技術の欠点を解消し、O-H基及びN-H基による吸収損失を0.01dB/cm以下にしたSiON系光導波路及びその製造方法を提供することにある。

#### 【0014】

【課題を解決するための手段】本発明は上記の目的を実現するため、窒素をドープしたコア部と、該コア部を覆うクラッド部から成るSiON系光導波路において、前記クラッド部は有機オキシシラン、または四塩化珪素を原料に製造したSiON系光導波路を用いる。

【0015】また、コア及びクラッドの成膜に、原料ガスと酸化性ガスをプラズマ励起する化学的気相成長法を用いたSiON系光導波路の製造方法において、前記原料ガスに有機オキシシラン、または四塩化珪素を用いたSiON系光導波路の製造方法を採用する。

【0016】前記有機オキシシランは、テトラエチルオルソシリケートであっても良い。

#### 【0017】

【発明の実施の形態】図1は、本発明のSiON系光導波路の一実施例を示す断面図である。基板1と、SiO<sub>2</sub>コア2と、クラッド3から成る。基板1の材質はシリコン(Si)又は石英ガラス(SiO<sub>2</sub>)である。SiONコア2は、SiO<sub>2</sub>にNをドープしたものである。クラッド3の原料は有機オキシシラン、または四塩化珪素とした。SiONコア2とクラッド3との比屈折率差△はドープする窒素Nの量に依存する。比屈折率差△やコア2の寸法は、目的の光デバイスに応じて適宜設計することができる。

【0018】次に本発明のSiON系光導波路の製造方法の一実施例を装置図面を用いて説明する。

【0019】まず、コアの成膜は従来技術と同様にSiH<sub>4</sub>、NH<sub>3</sub>及びO<sub>2</sub>を使用したプラズマCVD法により行なう。次にクラッドの成膜はテトラエチルオルソシリケート(TEOSと称す)及びO<sub>2</sub>を使用したプラズマCVD法により行なう。図2は、そのクラッド成膜装置の概略断面図である。本装置は、上部電極6、下部電極7、高周波電源8、ヒータ10、図示はしていないが真空ポンプから構成されている。図5とほとんど同じであるが、原料供給部が異なっている。

【0020】クラッド3には、SiO<sub>2</sub>又はSiO<sub>x</sub>にリン(P)、ボロン(B)等の添加物を少なくとも一種含んだものを用いる。真空排気(圧力0.4Torr)され

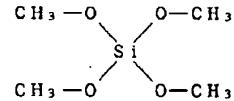
ている平行平板型の電極6、7間に、多量のAr(60sccm)12でバーリングしたTEOS(20sccm)13及びO<sub>2</sub>(60sccm)11を混合した原料ガス4を流す。コアの成膜の場合と同様に、下部電極7に接続した高周波電源8からの高周波(13.56MHz, 350W)により、電子と原料ガスの衝突が起こり、原料ガスが解離してイオン及びラジカルとなる。それによって、電子、イオン及びラジカルからなるプラズマ9が生成され、それらプラズマ粒子が基板1上に堆積する。基板1はヒータ10により400°Cに加熱される。

【0021】Pを添加したい場合は、図2と同じようにバーリング容器21で原料のPOCl<sub>3</sub>又はPCl<sub>3</sub>をArでバーリングしてチャンバー内に導入する。Bを添加したい場合は、BCl<sub>3</sub>をその原料に用い、同じくArでバーリングしてチャンバー内に導入する。流量は0~30sccmの中から選ばれる。

【0022】TEOS(テトラエチルオルソシリケート、Tetra Ethyl Ortho Silicate、Si(O<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>)の分子構造は次の通りである。

#### 【0023】

##### 【化1】



【0024】Siに結合した4つの酸素と酸素に結合した4つのエチル基からなる。クラッド膜中には若干のCH<sub>3</sub>基が残るが、それによる吸収損失は1.15μm帯と1.65μm帯にあり、そのそが通信波長帯の1.3μmと1.55μmに掛かる。しかし、膜中CH<sub>3</sub>基の含有量は若干であり、光量はほとんどがコアを通過するため、それによる通信波長帯の損失増加は0.01dB/cm以下であり、問題にはならない。

【0025】コア2とクラッド3の屈折率差△は0.2%~1%とした。これは比屈折率差が1%を越えるとコア径が4μm未満となり、△=0.3%のシングルモード光ファイバのコア径8.0μmと違いが2倍となるので、接続損失が1dBを越えてしまうからである。なお、コア2の厚みは数μm~10μmの範囲に、クラッド3の厚みは10μm~数10μmの範囲に設定される。コアパターン形成後の熱処理は、N<sub>2</sub>雰囲気中で1300°C、3時間行なう。クラッド形成後の熱処理は行わない。

【0026】図3は、以上の方法で作製した光導波路の挿入損失の波長依存性の説明図である。O-H基或はN-H基による吸収ピークがほとんど無くなっていることがわかる。1310nm及び1550nmにおける伝搬損失はそれぞれ0.1dB/cm及び0.04dB/cmである。

【0027】なお、熱処理条件は上記条件に限定されるものではない。コアパターン形成後の熱処理は、N<sub>2</sub>或

5

はハロゲンガス( $F_2$ 、 $Cl_2$ 、 $Br_2$ )雰囲気中で、  
1200°C、3時間行なっても良い。

【0028】また、 $SiO_2$ クラッド成膜にTEOSを用いたをプラズマCVD法を用いたが、原料ガスとして $SiH_4$ 、 $Si_2H_6$ 、 $Si_xH_y$ 等の水素化硅素以外の原料、例えば $SiC_{14}$ を用いても良い。製造装置は図2とほぼ同様であり、ただ原料ガスを $SiC_{14}$ と酸化ガスとしたものである。 $Si-C$ 結合による吸収ピークは通信波長帯付近には無いため、通信波長帯の損失を増加させることは無い。図4は、 $SiC_{14}$ を用いてクラッド膜を作製した光導波路の挿入損失の波長依存性の説明図である。図3と同等の結果が得られている。すなわち、クラッド中にHの含有量がほとんど無くコアへのHの拡散はない。

【0029】また、TEOSは有機オキシシランの一種であるが、これ以外にも $Si(OCH_3)_4$ 、 $(C_2H_5)Si(OCH_3)_3$ 、 $(C_2H_5)_2Si(OCH_3)_2$ 、 $(C_2H_5)_3Si(OCH_3)$ 、 $(C_2H_5)_4Si$ 等を用いても良い。これらが膜中に残ったとしてもCH<sub>3</sub>基なので、膜中Hの含有量がほとんど無くコアへのHの拡散は無い。よって、挿入損失中のN-H基による吸収損失をノイズレベル0.01dB/cm以下に低減することができる。

#### 【0030】

【発明の効果】本発明の $SiON$ 系光導波路及びその製造方法によれば次のような顕著な効果を発揮し、工業上有用である。

【0031】クラッド膜形成用の原料ガスにTEOS或是 $SiC_{14}$ を使用するので、挿入損失中の通信波長帯付近に存するO-H基、N-H基或はC-H基による吸収損失をほぼ無くした光導波路を提供することができ

6

る。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の $SiON$ 系光導波路の一実施例を示す断面図である。

【図2】本発明の $SiON$ 系光導波路の製造方法の一実施例を説明する装置の概略断面図である。

【図3】本発明に係わり、原料ガスにTEOSを用いた光導波路の損失波長特性の説明図である。

【図4】本発明に係わり、原料ガスに $SiC_{14}$ を用いた光導波路の損失波長特性の説明図である。

【図5】従来の $SiON$ 系光導波路の製造方法を説明する装置の概略断面図である。

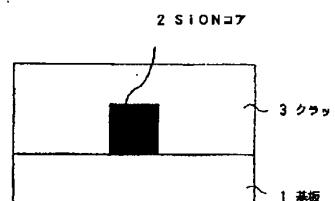
【図6】従来の $SiON$ 系光導波路の損失波長特性の説明図である。

【図7】従来の $SiON$ 系光導波路に熱処理を加えた場合の損失波長特性の説明図である。

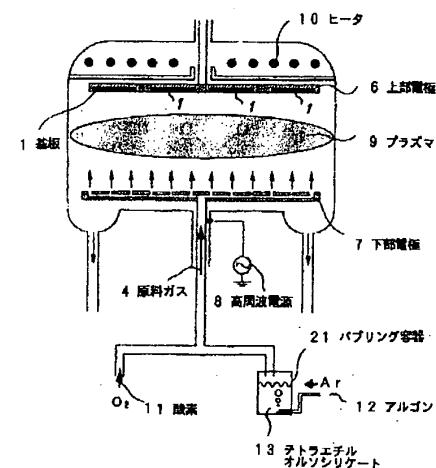
#### 【符号の説明】

1	11	基板
2	SiONコア	
3	クラッド	
4	14	原料ガス
5	16	上部電極
6	17	下部電極
7	18	高周波電源
8	19	プラズマ
9	20	ヒータ
10	21	酸素
11	22	アルゴン
12	23	テトラエチルオルソシリケート
13	24	真空ポンプ
14	25	バーリング容器

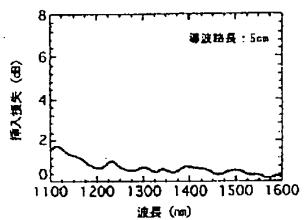
【図1】



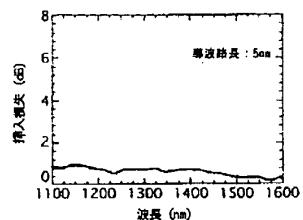
【図2】



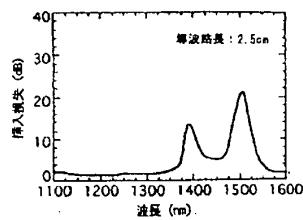
【図3】



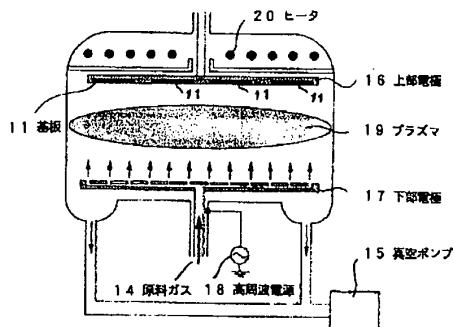
【図4】



【図6】



【図5】



【図7】

